

PRODUCTION OF OPTICAL FIBER BASE MATERIAL

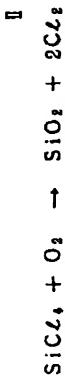
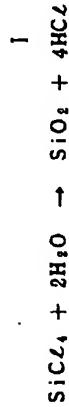
[71] **Applicant:** SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

[72] **Inventors:** YOSHIDA MASAAKI;; YOKOTA HIROSHI

[21] **Application No.:** JP53097131

[22] **Filed:** 19780808

[43] **Published:** 19800219



Retrieve text/document

[57] **Abstract:**

PURPOSE: To obtain an optical fiber base material of low water content and low transmission loss by filling a metal halide and oxygen gas into a pipe to remove water through heat replacement prior to a compacting process in production of the base material by an internally adhering CVD method.

CONSTITUTION: SiCl_4 , BBr_3 , POCl_3 , O_2 , etc. are introduced into a quartz pipe and heated to form a clad layer, and a core layer is deposited on the inside of the clad layer using SiCl_4 , GeCl_4 , POCl_3 , etc. Prior to a compacting process a metal halide such as SiCl_4 , GeCl_4 , BCl_3 or PCl_5 and oxygen gas are filled into the pipe to remove water contained in the pipe according to the reaction of equation I. The pipe is then heated to form a chlorine gas atmosphere according to the reaction of equation II, and trace amounts of water are removed by replacement with chlorine. Thereafter, the compacting process is carried out to obtain an optical fiber base material of low water content. Water is a cause for a transmission loss.

COPYRIGHT: (C)1980,JPO&Japio

[51] **Int'l Class:** C03B03700 G02B005172

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55-23081

⑬ Int. Cl.³
C 03 B 37/00
G.02 B 5/172

識別記号

府内整理番号
7730-4G
7529-2H

⑭ 公開 昭和55年(1980)2月19日
発明の数 1
審査請求 未請求

(全3頁)

⑮ 光ファイバ素材の製造方法

⑯ 特願 昭53-97131

⑰ 出願 昭53(1978)8月8日

⑱ 発明者 吉田雅朗

横浜市戸塚区田谷町1番地住友
電気工業株式会社横浜製作所内

⑲ 発明者 横田弘

横浜市戸塚区田谷町1番地住友
電気工業株式会社横浜製作所内

⑳ 出願人 住友電気工業株式会社

大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代理人 弁理士 青木秀実

明細書

1. 発明の名称 光ファイバ素材の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 内付 CVD 法により中空ガラス管の内側表面に光ファイバのクラッドおよびコアとなるガラス膜を堆積させた後、該ガラス管に金属ハロゲン化合物と酸素ガスを充填し、ついで加熱して水分を除去せしめ、その後該ガラス管の横断面が密になるように中実化せしめることを特徴とする光ファイバ素材の製造方法

3. 発明の詳細な説明

本発明は内付 CVD 法により低損失な光ファイバ用素材を製造する方法に関するものである。

内付け CVD 法は、周知のように、反応ガスを石英管中に流し、これを管の外側から加熱して反応させ、できたガラス層を管の内壁上にたい積させる方法で、不純物の混入がなく、均一性の良いファイバ母材が得られる方法として知られている。

しかしこの方法においても ① 原料ガスに含まれる水分と水素化合物、② 配管系、排気系からの混

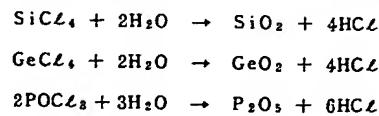
入する水分、③ 中実化工程中の管内ガスに含まれる水分、④ 出発母材であるガラス管からの拡散等が光ファイバ素材に OH 基として取り込まれ大きな光吸收を引き起こす。因みに $0.95 \mu\text{m}$ の波長で水分 1 ppm あたり 1.25 dB/km の吸収損失を生ずる。原料ガスに含まれる水分、水素化合物は精製装置により処理することにより除去することは可能であり、配管系・排気系からの水分の混入は微量であり気化装置の改良によりその影響は無視出来る。また出発母材であるガラス管からの OH 基の拡散は、クラッド層の厚みを最適化することによりコア内への OH 基の拡散を防止することは出来る。中実化工程中に管内ガスに含まれる水分は、光ファイバで光が集中伝送されるコア領域中心部に取り込まれるため、微量の混入でも大きな光吸收損失を引き起こす。第 1 図(a)には光ファイバ素材断面を、第 1 図(b)には OH 基の濃度分布を示すが、中心部領域は光が伝送されるコア 11 であり、中间部はガラス管 13 からの遷移金属、OH 基等の不純物拡散を防止するクラッド層 12 である。

第1図(b)のOH基の断面内濃度分布から明らかのように、ガラス管からのOH基の拡散混入はクラッド層12により防止されており、コア内のOH基はその中心部に集中している。これより中実化工程に管内ガスに含まれる水分から混入したOH基が光ファイバの吸収損失の主要因であることが分かる。

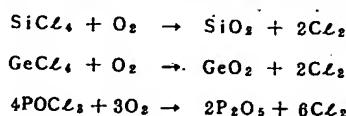
本発明はこのことを考慮し、中実化工程中に管内ガスに含まれる水分がOH基としてファイバ素材のコア内に取り込まれることを安定に防止し、水分を含有しない光ファイバ素材を製造する方法を提供するものである。

この発明では、水分が反応してガラス中にOH基として存在するよりも塩化水素として存在する方が安定なこと及びOH基としてガラス中に取り込まれたものが塩素により置換され除去されることに注目し、 SiCl_4 、 GeCl_4 、 BCl_3 、 POCl_3 、 PCl_5 、 PCl_3 、 GaCl_3 、 AsCl_3 、 SbCl_3 、 SbCl_5 、 AlCl_3 、 TiCl_4 等の金属ハロゲン化合物と酸素ガスをガラス管の横断面が密になるようにする中実化工程前

特開昭55-23081(2)
に管内に充填し、管内に含まれる水分を次式等のような加水分解反応を行なわしめ塩化水素の状態



にしたのち、さらに外部加熱源により加熱し充填された金属ハロゲン化合物と酸素ガスを次式



の如く反応せしめ管内を塩素ガス雰囲気とし、微量に取り込まれた水分を塩素と置換し除去せしめるものである。

以上は金属ハロゲン化合物の中、塩素化合物について説明したが、弗素化合物例えば SiF_4 、 SiClF_3 、 B_3F および臭素化合物例えば SiBr_4 、 BBr_3 等についても同様の脱水効果が得られる。

第2図には本発明の装置概観図を示す。

旋盤28に装着されたガラス管28に充填ガスとしてキャリアガスに搬送された金属ハロゲン化合物21と酸素ガス22を配管により導き、加熱源26により長手方向27の向きに移動させながら加熱する。次に石英管の排気端を封じ充填したのちバルブ23を開き金属ハロゲン化合物と酸素ガスの混合ガス23を排気処理系29に導入しながら、加熱源26の加熱温度を上げ、中空ガラス管の横断面が密になるように中実化する。

以下に実施例を示す。

外径20mm、長さ1000mmの石英管内へクラッド層を形成するために SiCl_4 178cc/mm、 BBr_3 12cc/mm、 POCl_3 5cc/mm、 O_2 0.8L/mm送り込み外部から酸素炎により1150℃(光高温計により測定)に加熱して $\text{SiO}_2-\text{B}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5$ の合成ガラス膜を20層堆積させ、その内側に SiCl_4 51cc/mm、 GeCl_4 、 POCl_3 を2乗分布になるようにそれぞれ0~17cc/mm、0~8cc/mm逐次変化させ $\text{SiO}_2-\text{P}_2\text{O}_5-\text{GeO}_2$ 組成の合成ガラス膜を80回コア層として堆積させた。次に POCl_3 4cc/mm、 O_2 0.8L/mmの混

合ガスを管内に吹き流した状態で石英管の排気端を酸素炎で加熱することにより封着し、管内を POCl_3 と O_2 ガスの混合ガス23で充填したのちバルブ24を開き混合ガスを排気処理系に導入しながら酸素炎による加熱温度を1850℃(光高温計にて測定)に上げ27方向に移動しながら中空の石英管部を中実化した。以上の製造で得られたファイバ素材ロッドから紡糸して得られた光ファイバの伝送損失を評価したところ第3図に示すような波長特性が得られた。0.95μmにおけるOH基による吸収は0.1dB/mmとOH基含有量にして0.08ppmである。第3図には従来品も付記したが本発明により著しくOH基が低減化され、低損失な光ファイバが得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図(a)は内付CVD法により製造される光ファイバ素材断面第1図(b)はOH基の断面内濃度分布を示す。

11 …… コア(光伝送領域)

12 …… クラッド

13 ジヤケット(石英管)

第2図は本発明を実施する装置概観図

21 キヤリアガスに搬送された金属ハロゲン化合物

22 酸素ガス

23 混合ガス

24 バルブ

25 石英管

26 加熱源

27 移動方向

28 旋盤

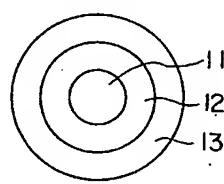
29 排気処理装置

第3図はこの発明の方法で処理した光ファイバと
従来法による光ファイバの伝送損失波長特性を示
す。

代理人弁理士青木秀実



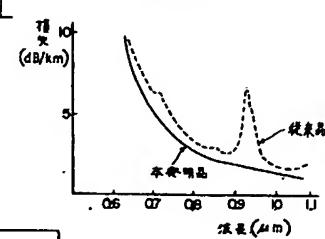
第1図(a)



第1図(b)



第3図



第2図

